






4-Substituted benzaldehyde-dialkylacetal

Patent number: DE2848397
Publication date: 1980-05-22
Inventor: DEGNER DIETER DIPL CHEM DR; BARL MANFRED
DIPL CHEM DR; SIEGEL HARDO DIPL CHEM DR
Applicant: BASF AG
Classification:
- **international:** C25B3/02
- **european:** C07C43/315; C25B3/02
Application number: DE19782848397 19781108
Priority number(s): DE19782848397 19781108

Also published as:

 EP0011712 (A2)
 US4284825 (A1)
 JP55066533 (A)
 EP0011712 (A3)
 EP0011712 (B1)

Report a data error here

Abstract not available for DE2848397

Abstract of corresponding document: **US4284825**

4-substituted benzaldehyde-dialkylacetals of the formula where R1 is one of the radicals CH₂=CH-CH₂-, R2 is alkyl and R3 and R4 are hydrogen or alkyl, and a process for the electrochemical preparation of these compounds.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑤ Int. Cl. ³ = Int. Cl. ²

Int. Cl. 2:

C 25 B 3/02

⑱ **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

DEUTSCHES



PATENTAMT

DE 28 48 397 A 1

⑪

Offenlegungsschrift 28 48 397

⑫

Aktenzeichen:

P 28 48 397.8

⑬

Anmeldetag:

8. 11. 78

⑭

Offenlegungstag:

22. 5. 80

⑳

Unionspriorität:

②② ③③ ③①

⑤④

Bezeichnung:

Elektrochemische Herstellung von in 4-Stellung substituierten
Benzaldehyddialkylacetalen

⑦①

Anmelder:

BASF AG, 6700 Ludwigshafen

⑦②

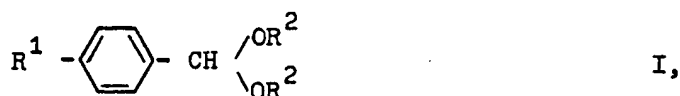
Erfinder:

Degner, Dieter, Dipl.-Chem. Dr., 6700 Ludwigshafen;
Barl, Manfred, Dipl.-Chem. Dr., 6701 Otterstadt;
Siegel, Hardo, Dipl.-Chem. Dr., 6720 Speyer

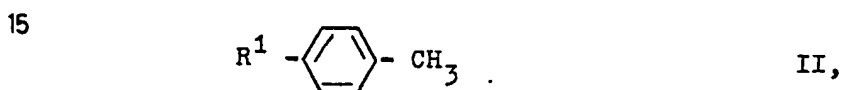
DE 28 48 397 A 1

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von in 4-Stellung substituierten Benzaldehyddialkylacetalen der allgemeinen Formel



- in der R^1 einen aliphatischen, aromatischen oder ar-aliphatischen Rest und R^2 eine Alkylgruppe mit 1 bis 3 C-Atomen bedeuten, dadurch gekennzeichnet, daß man in 4-Stellung substituierte Methylbenzole der allgemeinen Formel



- in der R^1 die oben genannte Bedeutung hat, in Gegenwart eines Alkohols der Formel

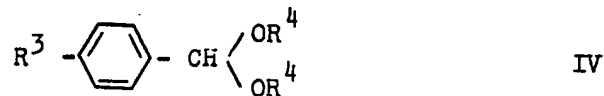



- in der R^2 die oben genannte Bedeutung hat, und eines Leitsalzes, elektrochemisch oxidiert.

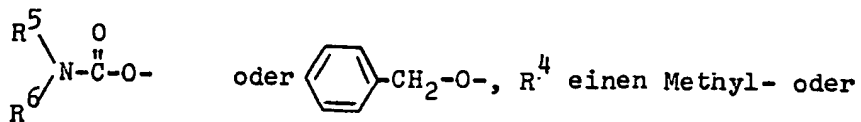
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man als Methylbenzol der Formel II p-Methylanisol, 4-Methylphenylbenzyläther, 4-tert.-Butyltoluol, 4-Methylphenyl-N,N-dimethylcarbammat oder p-Xylol verwendet.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß¹
man als Alkohol der Formel III Methanol verwendet.

- 5 4. Benzaldehyddialkylacetale der Formel



10 in der R^3 einen der Reste $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-$, -O-,



15 Äthylrest und die Reste R^5 und R^6 Wasserstoffatome
oder Alkylgruppen mit 1 bis 6 C-Atomen bedeuten.

20

25

30

35

BASF Aktiengesellschaft

- 8 -

O.Z. 0050/033509

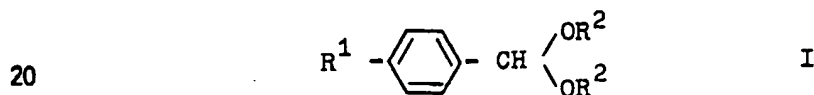
Elektrochemische Herstellung von in 4-Stellung substituierten
Benzaldehyddialkylacetalen

5 Diese Erfindung betrifft ein neues Verfahren zur elektro-
chemischen Herstellung von in 4-Stellung substituierten
Benzaldehyddialkylacetalen sowie neue Benzaldehyddialkyl-
acetale.

10 Ein Verfahren zur Herstellung von Anisaldehyd durch ano-
dische Oxidation von p-Methylanisol ist aus Helv. Chim.
Acta 7, 803 (1924) bekannt. Der Anisaldehyd wird jedoch
infolge geringer Selektivität dieses Verfahrens in unge-
nüglicher Ausbeute erhalten; außerdem ist die Aufarbeitung
der Reaktionsgemische zur Isolierung des Anisaldehyds um-
ständlich.

15

Es wurde nun gefunden, daß man in 4-Stellung substituierte
Benzaldehyddialkylacetale der allgemeinen Formel



in der R^1 einen aliphatischen, aromatischen oder araliphati-
schen Rest und R^2 eine Alkylgruppe mit 1 bis 3 C-Atomen be-
deuten, vorteilhaft dadurch herstellen kann, daß man in
25 4-Stellung substituierte Methylbenzole der allgemeinen
Formel

030021/0141



in der R^1 die oben genannte Bedeutung hat, in Gegenwart
 5 eines Alkohols der Formel



in der R^2 die oben genannte Bedeutung hat und eines Leitsalzes, elektrochemisch oxidiert.
 10

Die als Ausgangsverbindungen geeigneten Methylbenzole enthalten in 4-Stellung z.B. einen aliphatischen, aromatischen oder araliphatischen Kohlenwasserstoffrest, der Äthergruppen oder Carbamatgruppen enthalten kann. Solche Reste sind z.B.
 15 Alkylreste mit 1 bis 10 C-Atomen, wie Methyl-, Äthyl- und tert.-Butylgruppen, Alkoxyreste mit 1 bis 6 C-Atomen, wie Methoxy- und Äthoxygruppen, Aryloxygruppen, wie Phenoxygruppen, Arylalkoxygruppen, wie Benzyloxygruppen oder Carbamatgruppen, wie N,N-Dialkylcarbamgruppen, die Alkylgruppen mit 1 bis 6 C-Atomen enthalten können. Beispielsweise
 20 kommen folgende Methylbenzolverbindungen in Betracht: p-Xylol, p-tert.-Butyltoluol, p-Methoxytoluol, p-Äthoxytoluol, p-Benzyloxytoluol, p-Phenoxytoluol, 4-Methylphenyl-N,N-dimethylcarbam und p-Allyloxytoluol. Als Alkohole der Formel
 25 III sind Methanol und Äthanol bevorzugt.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann sowohl in einer geteilten als auch in einer ungeteilten Zelle durchgeführt werden. Als Elektrolyt dient dabei eine Lösung des substituierten Methylbenzols in dem verwendeten Alkohol, die ein
 30 Leitsalz enthält. Als Leitsalze verwendet man z.B. die in der Elektrochemie üblichen Leitsalze. Gut geeignet sind z.B. Salze, die in der zu elektrolysierenden Lösung löslich und unter den Versuchsbedingungen weitgehend stabil sind. Bei-

35

Beispiele besonders geeigneter Leitsalze sind Fluoride, wie KF , Tetrafluorborate, wie Et_4NBF_4 , Perchlorate, wie Et_4NClO_4 , Sulfate, wie $\text{Et}_4\text{NSO}_4\text{Et}$, Alkoholate, wie NaOCH_3 und Hydroxide, wie KOH .

5

Die Zusammensetzung des Elektrolyten kann bei dem erfindungsgemäßen Verfahren in weiten Grenzen gewählt werden. Die verwendeten Elektrolytlösungen haben beispielsweise folgende Zusammensetzung:

10

5-50 Gew.-% Methylbenzol der Formel II
50-95 Gew.-% Alkohol der Formel III
0,5-15 Gew.-% Leitsalz

Zur Verbesserung der Löslichkeit der Methylbenzole können gegebenenfalls zusätzlich Lösungsmittel verwendet werden, die unter den Versuchsbedingungen weitgehend stabil sind. Beispiele hierfür sind Nitrile, wie Acetonitril, Halogenkohlenwasserstoffe, wie Methylenchlorid, Äther wie Dimethoxyäthan und Ketone wie Aceton.

20

Als Anodenmaterialien lassen sich bei dem erfindungsgemäßen Verfahren alle Elektrodenmaterialien einsetzen, die unter den Versuchsbedingungen beständig sind. Beispiele für geeignete Anodenmaterialien sind Graphit, graphitgefüllte Kunststoffe, Edelmetalle, wie Platin und Gold sowie edelmetallbeschichtete Titanelektroden. Als Kathoden werden beispielsweise Graphit-, Eisen-, Stahl-, Blei- oder Edelmetallelektroden eingesetzt. Stromdichte und Umsatz können in weiten Grenzen gewählt werden. Die Stromdichten können beispielsweise $1-20 \text{ A/dm}^2$ betragen, die Elektrolyse selbst wird z.B. mit 2-15 Faraday pro Mol Ausgangsverbindung durchgeführt. Man führt die Elektrolyse z.B. bei Temperaturen zwischen 0 und 60°C durch.

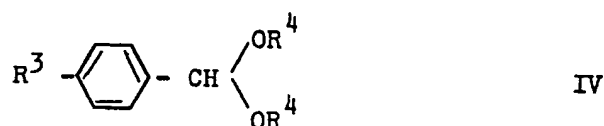
30

35

Die Elektrolyseaussträge werden in der Regel destillativ aufgearbeitet. Überschüssiger Alkohol und evtl. noch vorhandenes Ausgangsmaterial werden von den Acetalen durch Destillation abgetrennt und können zur Elektrolyse zurückgeführt werden. Die substituierten Benzaldehyddialkylacetale können dann beispielsweise durch Rektifikation weiter gereinigt werden. Das verwendete Leitsalz kann beispielsweise durch Filtration vor der Reindestillation der Acetale von den Acetalen abgetrennt und zur Elektrolyse zurückgeführt werden.

Die substituierten Benzaldehydacetale sowie die hieraus nach bekannten Verfahren herstellbaren Benzaldehyde sind Vorprodukte für Wirkstoffe, Riech- und Aromastoffe. So findet Anisaldehyd beispielsweise Verwendung als Riechstoff, Aromastoff, Galvanohilfsmittel sowie als Vorprodukt für Wirkstoffe wie z.B. halbsynthetische Antibiotika.

Von den Verfahrensprodukten sind die Benzaldehyddialkylacetale der Formel



in der R^3 einen der Reste $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-$, $\text{C}_6\text{H}_5-\text{O}-$, R^5 $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{N}-\text{C}-\text{O}- \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{R}^5 \quad \text{R}^6 \end{array}$ oder $\text{C}_6\text{H}_5-\text{CH}_2-\text{O}-$, R^4 einen Methyl- oder Äthyl-

rest und die Reste R^5 und R^6 Wasserstoffatome oder Alkylgruppen mit 1 bis 6 C-Atomen bedeuten, neu.

Die Beispiele 1 bis 8 betreffen die Herstellung von Anisaldehyddimethylacetal.

Beispiel 1

- Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden, Elektrodenabstand: 0,5 mm
- Anoden: Graphit
- 5 Elektrolyt: 244 g p-Methylanisol
25 g KF
2375 g Methanol
- Kathoden: Graphit
- Temperatur: 24 bis 25 °C
- 10 Stromdichte: 4,7 A/dm²
- Elektrolyse mit 4 Faraday/Mol p-Methylanisol

Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt.

- 15 Aufarbeitung:
- Nach Beendigung der Elektrolyse wird Methanol abdestilliert, KF (21 g) abfiltriert und der Rückstand bei 10 Torr und 100 bis 130 °C fraktioniert destilliert. Hierbei erhält man neben 4,8 g unumgesetztem p-Methylanisol 206 g Anisaldehyddimethylacetal. Dies entspricht einer Materialausbeute von
- 20 57,7 % und einer Stromausbeute von 56,6 %.

Beispiel 2

- 25 Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden; Elektrodenabstand: 0,5 mm
- Anoden: Graphit
- Elektrolyt: 488 g p-Methylanisol
25 g KF
2216 g Methanol
- 30 Kathoden: Graphit
- Temperatur: 27 bis 29 °C
- Stromdichte: 4,7 A/dm²
- Elektrolyse mit 4 F/Mol p-Methylanisol

Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärme-
austauscher umgepumpt. Arbeitet man den Elektrolyseaus-
trag analog Beispiel 1 auf, so erhält man neben 12 g unumgesetz-
tem p-Methylanisol 445 g Anisaldehyddimethylacetal. Dies
5 entspricht einer Materialausbeute von 62,7 % und einer Strom-
ausbeute von 61,1 %.

Beispiel 3

10 Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden; Elek-
trodenabstand: 0,5 mm

Anoden: Graphit

Elektrolyt: 572 g p-Methylanisol
25 g KF
2028 g Methanol

15 Kathoden: Graphit

Temperatur: 35 bis 40 °C

Stromdichte: 8,9 A/dm²

Elektrolyse mit 5,1 F/Mol p-Methylanisol

20 Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wär-
meaustauscher umgepumpt. Arbeitet man den Elektrolyseaus-
trag analog Beispiel 1 auf, so erhält man neben 8,1 g unumgesetz-
tem p-Methylanisol 615 g Anisaldehyddimethylacetal. Dies ent-
spricht einer Materialausbeute von 73,1 % und einer Strom-
25 ausbeute von 56,5 %.

Beispiel 4

Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden; Elektro-
denabstand: 0,5 mm

30 Anoden: graphitgefüllter Kunststoff; 80 % Graphit,
20 % Novolen

Elektrolyt: 244 g p-Methylanisol
25 g KF
2633 g Methanol

35 Kathoden: graphitgefüllter Kunststoff; 80 % Graphit,
20 % Novolen

Temperatur: 23 bis 27 °C

Stromdichte: 5,3 A/dm²

Elektrolyse mit 5,8 F/Mol p-Methylanisol

- 5 Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt. Arbeitet man den Elektrolyseaus-
trag analog Beispiel 1 auf, so erhält man neben 60,8 g un-
umgesetztem p-Methylanisol 116 g Anisaldehyddimethylacetal.
Dies entspricht einer Materialausbeute von 42,4 % und einer
Stromausbeute von 22 %.

10

Beispiel 5

Apparatur: ungeteilte Zelle mit 5 Elektroden; Elek-
trodenabstand: 0,5 mm

Anoden: Platin

- 15 Elektrolyt: 244 g p-Methylanisol
25 g KF
2374 g Methanol

Kathoden: Platin

Temperatur: 22 bis 24 °C

- 20 Stromdichte: 6,3 A/dm²

Elektrolyse mit 4 F/Mol p-Methylanisol

- 25 Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt. Arbeitet man den Elektrolyseaus-
trag analog Beispiel 1 auf, so erhält man neben 3,2 g unumgesetz-
tem p-Methylanisol 199,3 g Anisaldehyddimethylacetal. Dies
entspricht einer Materialausbeute von 55,5 % und einer Strom-
ausbeute von 54,8 %.

Beispiel 6

- 30 Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden; Elek-
trodenabstand: 0,5 mm

Anoden: graphitgefüllter Kunststoff; 20 % Novolen,
80 % Graphit

- 35 Elektrolyt: 244 g p-Methylanisol

29 g KF

2770 g Methanol

Kathoden: V2A-Stahl

Temperatur: 28 bis 34 °C

5 Stromdichte: 5,4 A/dm²

Elektrolyse mit 4,25 F/Mol p-Methylanisol

Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt. Arbeitet man den Elektrolyseausstrag analog Beispiel 1 auf, so erhält man neben 37 g unumgesetztem p-Methylanisol 188g Anisaldehyddimethylacetal. Dies entspricht einer Materialausbeute von 60,9 % und einer Stromausbeute von 48,6 %.

Beispiel 7

15 Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden; Elektrodenabstand: 0,5 mm

Anoden: Graphit

Elektrolyt: 244 g p-Methylanisol

20 g KOH

20 2375 g Methanol

Kathoden: Graphit

Temperatur: 27 bis 30 °C

Stromdichte: 4,7 A/dm²

Elektrolyse mit 5 F/Mol p-Methylanisol

25 Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt. Arbeitet man den Elektrolyseausstrag analog Beispiel 1 auf, so erhält man 228 g Anisaldehyddimethylacetal. Dies entspricht einer 62,6 %igen Material- und 50,1 %igen Stromausbeute.

30

35

Beispiel 8

- Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden; Elektrodenabstand: 0,5 mm
- Anoden: Graphit
- 5 Elektrolyt: 244 g p-Methylanisol
25 g Tetraäthylammoniumäthylsulfat
2375 g Methanol
- Kathoden: Graphit
- Temperatur: 21 bis 23 °C
- 10 Stromdichte: 5,4 A/dm²
- Elektrolyse mit 5 F/Mol p-Methylanisol
- Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt. Arbeitet man den Elektrolyseausstrag analog Beispiel 1 auf, so erhält man neben 15,2 g unumgesetztem
- 15 p-Methylanisol 217 g Anisaldehyddimethylacetal. Dies entspricht einer Materialausbeute von 63,5 % und einer Stromausbeute von 47,7 %.

Beispiel 9: Herstellung von 4-Benzyloxy-benzaldehyddimethylacetal

- 20 Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden; Elektrodenabstand: 0,5 mm
- Anoden: Graphit
- Elektrolyt: 792 g 4-Methylphenyl-benzyläther
25 g KF
25 2137 g Methanol
- Kathoden: Graphit
- Temperatur: 35 bis 40 °C
- Stromdichte: 4,7 A/dm²
- 30 Elektrolyse mit 5 F/Mol 4-Methylphenyl-benzyläther
- Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher gepumpt.
- Aufarbeitung:
- Nach Beendigung der Elektrolyse wird Methanol abdestilliert,
- 35 KF (22 g) abfiltriert und der Rückstand bei 1 bis 2 Torr u. 160 bis 180 °C fraktioniert destilliert. Hierbei erhält man

030021/0141

Neben 27,8 g unumgesetztem 4-Methylphenyl-benzyläther
617,9 g 4-Benzoyloxy-benzaldehyd-dimethylacetal. Dies ent-
spricht einer 62,1 %igen Material- und 47,9 %igen Stromaus-
beute.

5

Beispiel 10: Herstellung von 4-Allyloxy-benzaldehyd-
dimethylacetal

Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden, Elek-
trodenabstand: 0,5 mm

10 Anoden: Graphit

Elektrolyt: 296 g 4-Methylphenyl-allyläther
25 g KF
2375 g Methanol

Kathoden: Graphit

15 Temperatur: 25 bis 28 °C

Stromdichte: 5,4 A/dm².

Elektrolyse mit 13,4 F/Mol 4-Methylphenyl-allyläther

Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wär-
meaustauscher umgepumpt.

20 Aufarbeitung:

Nach Beendigung der Elektrolyse wird Methanol abdestilliert,
KF (22 g) abfiltriert und der Rückstand bei 1 bis 2 Torr und
130 bis 140 °C fraktioniert destilliert. Hierbei erhält man
151 g 4-Allyloxy-benzaldehyd-dimethylacetal. Dies entspricht
25 einer Materialausbeute von 36,3 % und einer Stromausbeute
von 10,8 %.

Beispiel 11: Herstellung von 4-Phenoxy-benzaldehyd-
dimethylacetal

30 Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden; Elek-
trodenabstand: 0,5 mm

Anoden: Graphit

Elektrolyt: 100 g 4-Methylphenyl-phenyläther
25 g KF

35 2375 g Methanol

Kathoden: Graphit

Temperatur: 24 bis 30 °C

Stromdichte: 5,4 A/dm²

Elektrolyse mit 11 F/Mol 4-Methylphenyl-phenyläther

- 5 Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt.

Aufarbeitung:

- Nach Beendigung der Elektrolyse wird Methanol abdestilliert, KF (23 g) abfiltriert und der Rückstand bei 0,5 bis 1 Torr und 110 bis 150 °C fraktioniert destilliert. Hierbei erhält man 52 g 4-Phenoxy-benzaldehyddimethylacetal. Dies entspricht einer Materialausbeute von 39,2 % und einer Stromausbeute von 14,3 %.

- 15 Beispiel 12: Herstellung von 4-tert.-Butyl-benzaldehyddimethylacetal

Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden; Elektrodenabstand: 0,5 mm

Anoden: Graphit

- 20 Elektrolyt: 148 g p-tert.-Butyltoluol
25 g KF
2375 g Methanol

Kathoden: Graphit

Temperatur: 27 bis 30 °C

- 25 Stromdichte: 5 A/dm²

Elektrolyse mit 8 F/Mol p-tert.-Butyltoluol

Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt.

Aufarbeitung:

- 30 Nach Beendigung der Elektrolyse wird Methanol abdestilliert, KF (22 g) abfiltriert und der Rückstand bei 15 Torr und 100 bis 150 °C fraktioniert destilliert. Hierbei erhält man neben 39 g unumgesetztem p-tert.-Butyltoluol, 80 g 4-tert.-Butylbenzaldehyddimethylacetal. Dies entspricht einer Materialausbeute von 52,2 % und einer Stromausbeute von 19,2 %.

Beispiel 13: Herstellung von 4-Methylbenzaldehyd-
dimethylacetal

- Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden, Elektrodenabstand 0,5 mm
- 5 Anoden: Graphit
- Elektrolyt: 212 g p-Xylol
25 g KF
2375 g Methanol
- Kathoden: Graphit
- 10 Temperatur: 26 bis 27 °C
- Stromdichte: 5,4 A/dm²
- Elektrolyse bei 5,5 F/Mol p-Xylol
- Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt.
- 15 Aufarbeitung:
- Nach Beendigung der Elektrolyse wird Methanol abdestilliert, KF (22 g) abfiltriert und der Rückstand bei 80 bis 130 °C und 5 bis 10 Torr fraktioniert destilliert. Hierbei erhält man neben 50 g unumgesetztem p-Xylol 81 g 4-Methylbenzaldehyddimethylacetal. Dies entspricht einer Materialausbeute
- 20 von 32 % und einer Stromausbeute von 18 %.

Beispiel 14: Herstellung von Anisaldehyddiäthylacetal

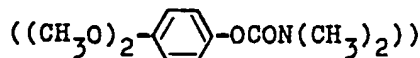
- 25 Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden, Elektrodenabstand: 0,5 mm
- Anoden: Graphit
- Elektrolyt: 244 g p-Methylanisol
22 g KF
- 30 2360 g Äthanol
- Kathoden: Graphit
- Temperatur: 34 bis 53 °C
- Stromdichte: 4,1 A/dm²
- Elektrolyse mit 2 F/Mol p-Methylanisol
- 35

Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt.

Aufarbeitung:

- Nach Beendigung der Elektrolyse wird Äthanol bei Normaldruck abdestilliert, KF (20,8 g) abfiltriert und der Rückstand bei 70 bis 1 Torr und 25 bis 100 °C fraktioniert destilliert. Hierbei erhält man neben 138,5 g unumgesetztem p-Methylanisol 45 g 4-Methoxy-benzyl-äthyl-äther und 40 g Anisaldehyddiäthylacetal. Dies entspricht einer Gesamtmaterialausbeute von 53,4 %.

Beispiel 15: Herstellung von $[(4\text{-Dimethoxymethyl})\text{-phenyl}]\text{-N,N-dimethylcarbamate}$



15

Apparatur: ungeteilte Zelle mit 7 Elektroden; Elektrodenabstand: 0,5 mm

Anoden: Graphit

Elektrolyt: 330 g p-Kresyl-N,N-dimethylcarbamate

20

2370 g Methanol

25 g KF

Kathoden: Graphit

Temperatur: 25 bis 30 °C

Stromdichte: 4,7 A/dm²

25

Elektrolyse mit 10 F/Mol p-Kresyl-N,N-dimethylcarbamate

Der Elektrolyt wird während der Elektrolyse über einen Wärmeaustauscher umgepumpt.

Aufarbeitung:

Nach Beendigung der Elektrolyse wird Methanol abdestilliert,

30

KF (23 g) abfiltriert und der Rückstand bei 60 bis 170 °C und 2 Torr fraktioniert destilliert. Hierbei erhält man

97 g p-Kresol, 52 g unumgesetztes p-Kresyl-N,N-dimethylcarbamate und 150 g $[(4\text{-Dimethoxymethyl})\text{-phenyl}]\text{-N,N-dimethylcarbamate}$. Dies entspricht einer Materialausbeute von

35

40,4 %.

L